



(19) **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑬ **DE 198 09 477 A 1**

(5) Int Cl. 6:
G01N 31/10
G 01 N 1/28
// G01N 21/17,30/02,
B01J 29/12,23/63

(21) Aktenzeichen: 198 09 477 9
(22) Anmeldetag: 6. 3. 98
(23) Offenlegungstag: 16. 9. 99

⑦ Anmelder:

74) Vertreter:
Luderschmidt, Schüler & Partner, 65189 Wiesbaden

(12) Erfinder:
Erfinder wird später genannt werden

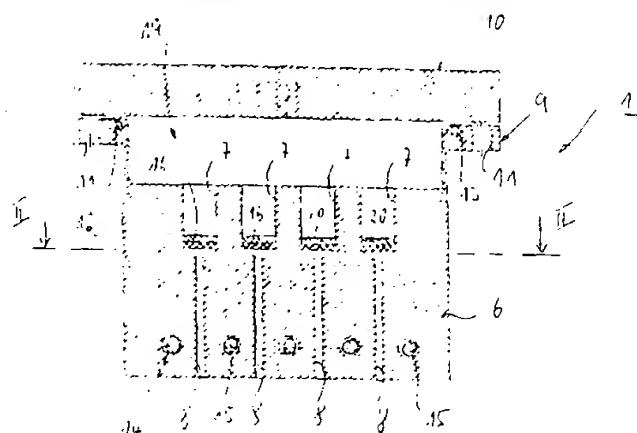
(56) Entgegenhltungen:

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

44 Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen

57) Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen umfaßt eine Aufnahmeeinheit (1), die mehrere Ausnehmungen (7) zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes und eine gemeinsame Gaszufuhr und den einzelnen Aufnehmungen zugeordnete Kanäle (8) aufweist, so daß alle Feststoffe gleichzeitig dem Reaktionsgas ausgesetzt und die bei der Reaktion entstehenden Produkte über die Kanäle getrennt abgeführt und einer Analyseeinheit zugeführt werden können. Die Ausnehmungen zur Aufnahme der Feststoffe sind in Form einer Matrix angeordnet. Die Testanordnung umfaßt darüber hinaus eine Beschickungseinheit, mit der sich die nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellten Katalysatoren einfach in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführen lassen.



Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen mit einer Einheit zur Aufnahme der Feststoffe und einer Einheit zur Analyse der bei der Reaktion entstehenden Produkte.

Zur Herstellung und Charakterisierung von Katalysatoren werden die potentiell aktiven Träger- und Katalysatorkomponenten in vermeintlich geeigneter Weise kombiniert und die so geschaffenen Mehrkomponentengemische mit einer geeigneten Testreaktion unter bestimmten, meist durch technische Limitierungen festgesetzten Bedingungen getestet. Während die Synthese solcher Materialien oft noch mit zeitlich überschaubarem Aufwand bewältigt werden kann, stellt die Erprobung der Katalysatoren hingegen einen sehr zeit- und arbeitsaufwendigen Schritt dar. Im allgemeinen wird das zu testende Material in einen eigens hierfür konzipierten Labortestreaktor eingefüllt und unter vorgegebenen Parametern auf seine Tauglichkeit für die jeweilige Umsetzung eines Eduktgentisches getestet.

Die EP 0 423 294 B1 beschreibt eine Einrichtung zur Untersuchung und Bewertung von Wirbelschicht-Crack-Katalysatoren, die über einen einzigen rohrförmigen Reaktor verfügt. Die bekannte Einrichtung dient zum Durchführen einer Serie von fortlaufenden zyklischen Experimenten unter Variierung experimenteller Bedingungen.

Darüber hinaus ist die gleichzeitige Austestung von Katalysatoren in mehreren separaten Reaktoren bekannt, die von einer gemeinsamen Gasaufbereitung versorgt werden. Auch bei der Austestung von Katalysatoren in Parallelreaktoren ist das Beschicken der Katalysatoren mit den zu testenden Materialien eine zeit- und arbeitsaufwendige Maßnahme. Nachteilig ist auch, daß die Anzahl der zur Verfügung stehenden Reaktoren, die sich parallel betreiben lassen, in der Praxis begrenzt ist.

Eine entscheidende Neuerung der letzten Jahre in der bioorganischen Synthese war die Entwicklung kombinatorisch-synthetischer Verfahren (Turka, A., Sébastien, E., Asgedom, M., Dibó, G., Abstr. 14th Int. Congr. Biochem., Prag 1988, Vol. 5, 47). Meist wird bei solchen Synthesen nur mit sehr kleinen Substanzmengen gearbeitet und oft werden polymere Träger zur Fixierung einer der Reaktanden und der entstehenden Produkte verwendet. Somit stellt die kombinatorische Synthese heute eines der Standardwerkzeuge in der bioorganischen Chemie dar. Das effiziente Testen einer Substanzbibliothek, die durch solche synthetische Verfahren hergestellt wurde, ist derzeit im sogenannten "high throughput screening" bei dem Testen potentieller Pharmazeutika am weitesten vorangetrieben worden. Derzeitige Testmethoden basieren auf der Zudosierung des jeweiligen Stoffes aus der Substanzdatenbank zu einem Enzym oder Zellkulturen, die die Anwesenheit einer Wechselwirkung zwischen dem Stoff und einer bestimmten aktiven Stelle im Enzym oder im Zellstoffwechsel durch eine Lumineszenz anzeigen. Die Substanzen aus den Bibliotheken werden in sogenannten "Arrays", unter denen Platten mit Vertiefungen, die als Reaktionsgefäß dienen, zu verstehen sind, mit dem jeweiligen Testsystem in Kontakt gebracht, danach erfolgt oft noch eine geeignete Weiterbehandlung der Probe (Bestrahlung, Inkubation, etc.), an die sich der abschließende Bewertungstest anschließt.

Die ersten Ansätze einer Übertragung kombinatorischer Synthese- und Testverfahren auf anorganische Festkörper wurden 1995 von Schultz et al. veröffentlicht (Xiang, X.-D., Sun, X., Breeno, G., Lou, Y., Wang, K.-A., Chang, H., Wallace-Freedman, W.-G., Chen, S.-W., Schultz, P. G., Science 268, 1995, 1738 und Breeno, G., Chang, H., Sun, X.,

Schultz, P. G., Xiang, X.-D., Science 270, 1995, 273 sowie Sun, X.-D., Wang, K. A., Yoo, Y., Wallace-Freedman, W. G., Gao, C., Xiang, X.-D., Schultz, P. G., Adv. Mater. 9, No. 13, 1997, 1046 und Wei, T., Wallace-Freedman, W. G.,

Schultz, R.G., Xiang, X.-D., Appl. Phys. Lett. 68, 1996, 3506). Hierbei wird zur Herstellung der Verbindung ein Beschichtungsverfahren verwendet, das durch Maskentechniken die Herstellung verschiedener Kombinationen auf einem Substrat erlaubt.

Der entscheidende Nachteil der von Schultz et al. beschriebenen Methode besteht zum ersten darin, daß durch die Beschichtungsverfahren nur ein sehr kleiner Teil der ebenso möglichen Kombination hergestellt wird, die mit herkömmlichen bei der Katalysatorpräparation üblichen naßchemischen Verfahren erhalten werden können. Sonst wird die Bibliothek der möglichen katalytisch aktiven Kandidaten erheblich verkleinert. Ein Verfahren zum Austesten der katalytischen Aktivität der Materialien ist nicht beschrieben.

Auf dem Gebiet des gleichzeitigen Austesten von Katalysatoren wurde eine Arbeit von Luss et al. veröffentlicht (Moates, E.C., Soman, M., Annamalai, J., Richardson, J.T., Luss, D., Wilson, R. C., Ind. Eng. Chem. Res. 35, 1996, 4801), bei der Katalysatorpellets durch Infrarot-Thermografie getestet wurden. Diese Methode ist jedoch auf Reaktionen mit großer Wärmeabgabe limitiert. Selektivitätsunterschiede werden nicht erfaßt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Anordnung zu schaffen, mit der sich die katalytische Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen ohne größeren Zeit- und Arbeitsaufwand effektiv testen läßt.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1.

Die erfindungsgemäße Anordnung erlaubt die simultane aber auch sequentielle Erprobung einer großen Anzahl von Festkörperkatalysatoren, die einem Reaktionsgas ausgesetzt sind, wobei die Bedingungen wie Druck, Temperatur etc. frei variiert werden können.

Die Anordnung umfaßt eine Aufnahmeeinheit, die mehrere Ausnehmungen zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes aufweist, dessen katalytische Aktivität getestet werden soll. Über eine gemeinsame Gaszufuhr werden alle Feststoffe in der Aufnahmeeinheit dem Reaktionsgas gleichzeitig ausgesetzt. Der Gasstrom wird in den einzelnen Ausnehmungen zugeordneten Kanälen abgeführt, so daß die über jeden Katalysator entstehenden Produkte separat für jeden Feststoff in der Analyseeinheit analysiert werden können. Die Analyse kann beispielsweise durch die bekannten spektroskopischen, spektrometrischen oder chromatographischen Verfahren erfolgen. Während der Testphase kann jeweils nur einer der Kanäle zur Analyseeinheit freigeschaltet sein, während das über die anderen Kanäle abgeführte Gas nicht analysiert wird. Die Aufnahmeeinheit ermöglicht aber auch die Analyse des über mehrere Kanäle abgeführten Gasstroms. Es können auch beliebig viele Kanäle geschlossen werden, so daß sie nicht vom Reaktionsgas durchströmt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Aufnahmeeinheit sind die Ausnehmungen in Form einer Matrix angeordnet. Die Anordnung in Form einer Matrix ermöglicht nicht nur die Erprobung einer großen Anzahl von Katalysatoren auf engem Raum, sondern erleichtert auch das Einbringen der zu testenden Feststoffe in die Ausnehmungen mittels einer Beschickungseinheit, in der die Katalysatoren synthetisiert und dann in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführt werden. Es ist aber auch möglich, die Katalysatoren direkt in der Aufnahmeeinheit zu synthetisieren.

Die Kanäle zum Abführen des Gasstroms befinden sich vorzugsweise am Boden der Ausnehmungen, so daß die Kanäle

talysatoren von dem Reaktionsgas durchströmt werden.

Die Beschickungseinheit zum gleichzeitigen Einbringen der Stoffe in die Aufnahmeeinheit weist den einzelnen Ausnahmungen zugeordnete Kanäle auf, in denen die Katalysatoren nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellt werden können. Um die Kanäle der Beschickungseinheit zum Synthetisieren der Feststoffe verschließen zu können, ist vorteilhafterweise ein Schieber vorgesehen, der sämtliche Kanäle verschließt bzw. freigibt.

Die Kanäle der Beschickungseinheit sind entsprechend den Ausnahmungen der Aufnahmeeinheit angeordnet. Zum Überführen der Feststoffe wird die Beschickungseinheit an die Aufnahmeeinheit angesetzt, wobei die Kanäle der Beschickungseinheit dann mit den Ausnahmungen der Aufnahmeeinheit fließen.

Zum Auspressen der Feststoffe aus den Ausnahmungen umfaßt die erfundungsgemäße Anordnung vorteilhafterweise ein Preßwerkzeug, das den Kanälen der Beschickungseinheit zugeordnete Preßstempel aufweist.

Zur Justierung verfügt die Aufnahmeeinheit über einen umlaufenden Ansatz, in den die Beschickungseinheit passend eingesetzt werden kann. Bei abgenommener Beschickungseinheit wird auf den umlaufenden Ansatz der Aufnahmeeinheit ein Deckel gesetzt, so daß eine gemeinsame Gaszuführkammer für die Ausnahmungen in der Aufnahmeeinheit geschaffen wird. Durch eine Bohrung im Deckel kann das Reaktionsgas dann der gemeinsamen Gaszuführkammer zugeführt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist die Aufnahmeeinheit eine Heizeinrichtung auf, um die gewünschte Reaktionstemperatur einstellen zu können.

Die zu testenden Festkörerkatalysatoren sitzen vorzugsweise auf Plättchen aus porösen Material, die in den Ausnahmungen der Aufnahmeeinheit quer zur Strömungsrichtung des Reaktionsgases angeordnet sind.

Im folgenden wird ein Ausführungsbeispiel der erfundungsgemäßen Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen, unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 die Aufnahmeeinheit der Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen in geschnittener Darstellung.

Fig. 2 einen Schnitt durch die Aufnahmeeinheit entlang der Linie II-II von **Fig. 1**.

Fig. 3 die Aufnahmeeinheit von **Fig. 1** in der Draufsicht.

Fig. 4 das Gasflußschema der Testanordnung.

Fig. 5 die Beschickungseinheit der Testanordnung in geschnittener Darstellung.

Fig. 6 einen Schnitt durch die Beschickungseinheit entlang der Linie VI-VI von **Fig. 5**.

Fig. 7 den Schieber der Beschickungseinheit von **Fig. 5** in der Draufsicht.

Fig. 8 das Preßwerkzeug der Testanordnung in geschnittener Darstellung und

Fig. 9 die Zerkleinerungseinheit der Testanordnung in geschnittener Darstellung.

Die Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von Feststoffen umfaßt eine Aufnahmeeinheit 1 (**Fig. 1** bis 3), in der die Festkörerkatalysatoren einem Reaktionsgas ausgesetzt werden, eine Analyseeinheit 2 mit einer Ventilanordnung 3 (**Fig. 4**), mit der die bei der Reaktion entstehenden Produkte analysiert werden und eine Beschickungseinheit 4 mit einem Preßwerkzeug 5, in der die Katalysatoren nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellt werden (**Fig. 5** bis 8).

Fig. 1 zeigt einen Schnitt durch die Aufnahmeeinheit 1 der Testanordnung. Die Aufnahmeeinheit 1 weist einen zy-

lindrischen Körper 6 aus wärmeleitendem Material, vorzugsweise Messing auf, der an seiner Oberseite mit zylindrischen Bohrungen 7 versehen ist, die in Form einer $n \times m$ Matrix mit vier Zeilen und vier Spalten angeordnet sind (**Fig. 2**). Eine 4×4 Matrix ist nur beispielhaft angegeben, es sind auch Anordnungen mit einer wesentlich größeren Anzahl von Ausnahmungen möglich.

Am Boden jeder Ausnahmung 7 ist ein Kanal 8 angegeschlossen, der an der Unterseite des Messingkörpers 6 aus der Aufnahmeeinheit 1 herausführt. Die Kanäle 8 verlaufen parallel zueinander in vertikaler Richtung. Sie haben einen kleineren Durchmesser als die Ausnahmungen. Dies stellt ähnliche Flüsse durch alle Ausnahmungen sicher, da die Kanäle die jeweiligen Hauptströmungswiderstände darstellen. 15 Die einzelnen Kanäle können auch gezielt verengt werden, um in allen Ausnahmungen exakt die gleichen Flüsse einzustellen. Hierzu können in der Aufnahmeeinheit entsprechende Drosselinrichtungen oder dgl. vorgesehen sein.

An der Oberseite des Messingkörpers 6 ist ein Flansch 9 zur Befestigung eines Deckels 10 aus wärmeleitendem Material, vorzugsweise Messing, angesetzt. Flansch 9 und Deckel 10 weisen mehrere umfangmäßig verteilt angeordnete Bohrungen 11 auf, so daß der Deckel fest mit dem Messingkörper verschraubt werden kann (**Fig. 3**). Zur Abdichtung des Deckels 10 gegenüber dem Flansch 9 ist eine Ringdichtung 12 vorgesehen, die in einer Ringnut 13 des Flansches 9 sitzt.

Der Messingkörper 6 und der Deckel 10 weisen Bohrungen 14 zur Aufnahme von Heizpatronen 15 einer Heizeinrichtung auf, um die Aufnahmeeinheit 1 auf die Reaktionstemperatur aufheizen zu können.

Die zu untersuchenden Katalysatoren sitzen jeweils auf einem Plättchen 16 aus einer porösen Inertmasse (Fritte), das am Boden jeder Ausnahmung quer zu deren Längsachse angeordnet ist.

Zum gleichzeitigen Testen der Katalysatoren wird der Deckel 10 mit dem Flansch 9 des Messingkörpers 6 verschraubt und über in dem Deckel vorgesehene Bohrungen 17, 18 wird das Reaktionsgas in die oberhalb der Ausnahmungen 7 befindliche Gaszuführkammer 19 geleitet. Das Reaktionsgas durchströmt die auf den Fritten 16 sitzenden Katalysatoren 20 und wird über die Kanäle 8 abgeführt.

Fig. 4 zeigt das Gasflußschema der Testanordnung. Das Reaktionsgas strömt aus einem Gasbehälter 21 über eine Gaszuführleitung 22, in die eine Dosiereinrichtung 23 geschaltet ist, in die Ausnahmungen 7 der von der Temperiereinheit 24 auf die Reaktionstemperatur aufgeheizten Aufnahmeeinheit 1, so daß die Katalysatoren von dem Reaktionsgas durchströmt werden.

Die bei der Reaktion entstehenden Produkte werden für jeden Katalysator über die separaten Kanäle 8 getrennt abgeführt, um den Abstrom selektiv der Analyseeinheit 2 zu führen zu können.

An dem Auslaß jedes Kanals 8 ist der Einlaß eines Multiportvents 24 angeschlossen. Die Multiportventile sind elektromagnetisch betätigbar und werden von einer Steuerseinheit 25 über Steuerleitungen 26 angesteuert. Der erste Ausgang jedes Multiportvents 24 ist über eine Gasleitung 27 mit einer ersten gemeinsamen Gasabführleitung 28 verbunden, die zu der Analyseeinheit 2 führt, während der zweite Ausgang jedes Multiportvents 24 über eine zweite Gasleitung 29 mit einer zweiten gemeinsamen Gasabführleitung 30 verbunden ist, die ebenfalls zu der Analyseeinheit 2, z. B. ein Massenspektrometer, führt.

Je nach der Schaltstellung der Multiportventile können die bei der Reaktion entstehenden Produkte für jeden Katalysator getrennt nacheinander der Analyseeinheit 2 zugeführt werden oder es kann der Abstrom von zwei beliebigen

Katalysatoren analysiert werden. Die aus den Multiportventilen bestehende Ventilanordnung kann in Abhängigkeit von der Anzahl der zu testenden Katalysatoren beliebig erweitert werden.

Anstelle einer Ventilanordnung zum Freischalten der einzelnen Kanäle kann auch unterhalb der Aufnahmeeinheit 1 ein Manipulator mit einer in xyz-Richtung verfahrbaren Einfäkapillare angeordnet sein, an der die Analyseeinheit angeschlossen ist. Die Einfäkapillare kann dann mit dem Manipulator nacheinander in die Kanäle eingefahren werden, so daß sich der Abstrom jedes Katalysators getrennt analysieren läßt. Prinzipiell können aber auch jedem Kanal ein separates Analysegerät zugeordnet werden, so daß eine höhere parallelisierte Analyse möglich ist.

Fig. 5 zeigt einen Schnitt durch die Beschickungseinheit 4 der Testanordnung. Die Beschickungseinheit 4 weist einen zweiteiligen zylindrischen Metallkörper 31 auf, dessen Durchmesser dem Innendurchmesser des Flansches 9 der Aufnahmeeinheit 1 entspricht, so daß die Beschickungseinheit 4 in die Aufnahmeeinheit 1 passend eingesetzt werden kann. Der zylindrische Metallkörper 31 weist in Form einer 4×4 Matrix angeordnete Kanäle 32 auf. Die Anordnung und der Durchmesser der Kanäle 32 entspricht den Ausnehmungen 7 der Aufnahmeeinheit 1, so daß diese fließen, wenn die Beschickungseinheit in die Aufnahmeeinheit eingesetzt ist.

Zwischen dem Ober- und Unterteil 31a, 31b des zylindrischen Metallkörpers ist ein Schieber 33 quer zur Längsachse der Kanäle 32 verschiebbar geführt. Der Schieber 33 ist eine Blechplatte mit Bohrungen 34, die ebenfalls in Form einer 4×4 Matrix angeordnet sind. Diese Bohrungen 34 fließen mit den Kanälen 32 des zylindrischen Metallkörpers 31. Die beiden Befestigungselemente 35, die das Ober- und Unterteil zusammenhalten, erstrecken sich durch seitliche Langlöcher 36 des Schiebers 33 und begrenzen dessen Schieberweg. Der Schieber 33 kann zwischen zwei Stellungen verschoben werden, in der die Kanäle 32 der Beschickungseinheit verschlossen oder freigegeben sind.

Der Schieber 33 besteht vorzugsweise aus Metall. Es ist aber auch möglich, daß der Schieber eine Lochplatte aus porösem Material (Fritte) ist, die zur Filtration dient, wenn sich der Schieber in einer Stellung befindet, in der die Bohrungen der Lochplatte nicht mit den Kanälen der Beschickungseinheit fließen.

Fig. 6 zeigt einen Schnitt durch das Preßwerkzeug 5 der Testanordnung. Das Testwerkzeug weist in Form einer 4×4 Matrix angeordnete Preßstempel 37 auf, die mit Schrauben 38 an einer runden Platte 39 befestigt sind. Die Preßstempel 37 sind derart angeordnet und bemessen, daß sie bei geöffnetem Schieber 33 passend in die Kanäle 32 der Beschickungseinheit 4 eingeschoben werden können.

Fig. 7 zeigt einen Schnitt durch eine Zerkleinerungseinheit 40 in Form eines Gitters, das aus rechtwinklig in einem Abstand von etwa 2 mm angeordneten Schneiden 41 besteht. Die Zerkleinerungseinheit 40 kann in die Gaszuführkammer 19 der Aufnahmeeinheit 1 eingelegt werden, bevor die Beschickungseinheit 4 in die Aufnahmeeinheit eingesetzt wird, um die in der Beschickungseinheit präparierten Feststoffe beim Überführen in die Aufnahmeeinheit zu zerkleinern. Die Zerkleinerungseinheit kann aber auch mit der Beschickungseinheit einstückig sein.

Nachfolgend wird eine Kohlenmonoxidoxidation an kombinatorisch hergestellten Katalysatoren unter Verwendung der obigen Testanordnung beschrieben.

Für diese Testreaktion wurden kombinatorisch hergestellte Katalysatoren aus den Trägern Zeolith Y, Aluminiumoxid, Titandioxid und Zirconiumoxid in Kombination mit den potentiell katalytisch wirksamen Metallen Platin

und Palladium und dem Promotor Cer für die Testreaktion der katalytischen Oxydation von Kohlenmonoxid zu Kohlendioxid erprobt. Hierbei wurden die Katalysatoren einer Reaktionsgasgemisch aus synthetischer Luft und 80% Kohlenmonoxid ausgesetzt. Die Temperatur der Reaktionsgasatmosphäre wurde schrittweise erwärmt und dabei der Produktgasstrom in den einzelnen Kanälen für die jeweilige Reaktionsgastemperatur spektroskopisch analysiert.

Die Katalysatoren werden in dem Oberteil des zylindrischen Körpers der Beschickungseinheit bei verschlossenem Schieber synthetisiert. Dabei wird in jeder der vier Spalten ein anderes Trägermaterial deponiert, z. B. in Spalte 1 ein silikatischer Träger, in Spalte 2 ein Aluminiumoxid, in Spalte 3 ein Titandioxid und in Spalte 4 ein Zirconiumoxid. Die katalytisch aktive Substanz wird dann z. B. durch ein Tränkimprägnierungsverfahren aufgebracht, z. B. in Zeile 1 ein bestimmtes Volumen einer Platinlösung, in Zeile 2 ein bestimmtes Volumen einer Palladiumsalzlösung, in Zeile 3 ein bestimmtes Volumen einer Platin- und einer Palladiumsalzlösung und in Zeile 4 ein bestimmtes Volumen einer Platin-, einer Palladiumsalz- und einer Cersalzlösung. Durch eine geeignete Hochtemperaturbehandlung wird das Lösungsmittel entfernt, w. B. Anschließend erfolgt eine Nachbehandlung, z. B. mit Wasserstoff. Um das Probenarray in die Aufnahmeeinheit überführen zu können, wird die Zerkleinerungseinheit in die Gaszuführkammer der Beschickungseinheit eingelegt und die Beschickungseinheit wird in die Aufnahmeeinheit eingesetzt. Bei geöffnetem Schieber werden die Festkörperkatalysatoren dann mittels des Preßwerkzeuges aus den Kanälen der Beschickungseinheit durch die gitterartige Platte in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit gepreßt. Wenn eine Zerkleinerung der in der Beschickungseinheit präparierten Feststoffe nicht erforderlich ist, kann auf das Einlegen der Zerkleinerungseinheit in die Aufnahmeeinheit auch verzichtet werden. Dann werden die Zerkleinerungseinheit und die Beschickungseinheit wieder aus der Aufnahmeeinheit genommen. Anschließend wird die Aufnahmeeinheit mit dem Deckel dicht verschlossen, und das Reaktionsgas wird zugeführt. Nun wird der über die einzelnen Kanäle der Aufnahmeeinheit von den Katalysatoren abgeführte Produktgasstrom in der Analyseeinheit spektroskopisch analysiert, während die Temperatur der Reaktionsgasatmosphäre schrittweise erhöht wird.

Patentansprüche

1. Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen mit einer Einheit zur Aufnahme der Feststoffe und einer Einheit zur Analyse der bei der Reaktion entstehenden Produkte, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahmeeinheit (1) mehrere Ausnehmungen (7) zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes und eine gemeinsame Gaszufuhr und den einzelnen Ausnehmungen zugeordnete Kanäle (8) aufweist, so daß alle Feststoffe gleichzeitig dem Reaktionsgas ausgesetzt und die bei der Reaktion entstehenden Produkte über die Kanäle getrennt abgeführt und der Analyseeinheit (2) zugeführt werden können.
2. Anordnung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausnehmungen (7) zur Aufnahme der Feststoffe in Form einer Matrix angeordnet sind, wobei die Kanäle (8) am Boden der Ausnehmungen (7) angeschlossen sind, so daß die in die Ausnehmungen eingebrachten Feststoffe von dem Reaktionsgas durchströmt werden können.
3. Anordnung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausnehmungen (7) zylindrische

Bohrungen sind.

4. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung eine an die Aufnahmeeinheit (1) ansetzbare Beschickungseinheit (4) zum gleichzeitigen Einbringen der Feststoffe in die Aufnahmeeinheit umfaßt. 5

5. Anordnung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschickungseinheit (4) den Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) zugeordnete Kanäle (32) aufweist, in denen die Feststoffe synthetisiert und aus denen die Feststoffe bei an die Aufnahmeeinheit angesetzter Beschickungseinheit in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführt werden können. 10

6. Anordnung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschickungseinheit (4) einen Schieber (33) aufweist, der zwischen einer Stellung zum Synthesieren der Feststoffe und einer die Kanäle freigebenden Stellung zum Überführen der Feststoffe in die Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) verschiebbar ist. 15

7. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Schieber (33) eine Lochplatte aus Metall oder porösem Material ist. 20

8. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahmeeinheit (1) einen umlaufenden Ansatz (9), in dem die Beschickungseinheit (4) einsetzbar ist, und einen Deckel (10) aufweist, der bei abgenommener Beschickungseinheit unter Bildung einer gemeinsamen Gaszuführkammer (19) auf den umlaufenden Ansatz (9) aufsetzbar ist, wobei 25 der Deckel mit mindestens einer Bohrung (17) zum Zuführen des Reaktionsgases versehen ist.

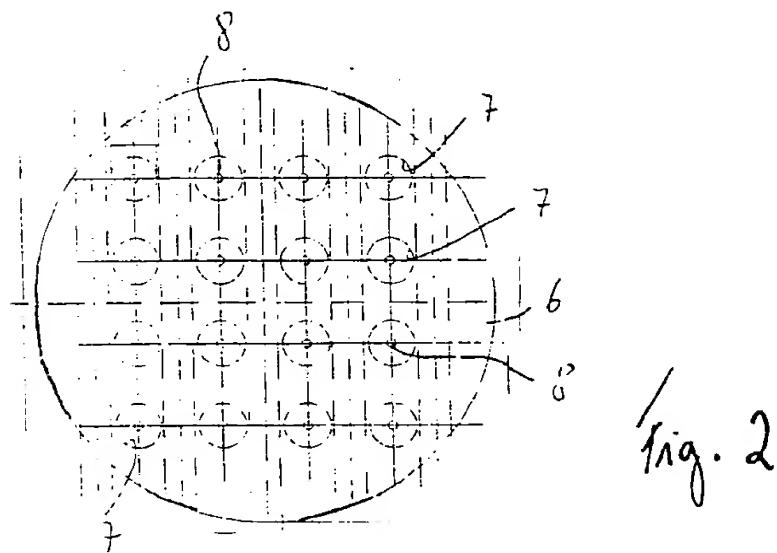
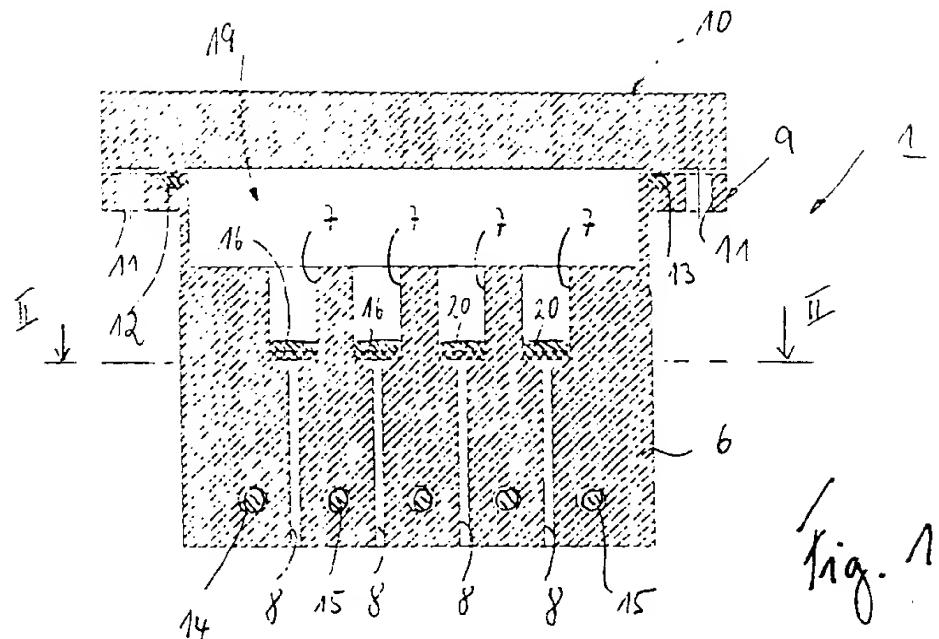
9. Anordnung nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung ein Preßwerkzeug (5) mit den Kanälen (32) der Beschickungseinheit (4) zugeordneten Preßstempeln (37) umfaßt, die zum Auspressen der Feststoffe in die Kanäle (32) der Beschickungseinheit eingeführt werden können. 35

10. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahmeeinheit eine 40 Heizeinrichtung (24) aufweist.

11. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß in den Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) aus porösem Material hergestellte Plättchen (20) zur Aufnahme der in die Ausnehmungen einzubringenden Feststoffe vorgesehen sind. 45

12. Anordnung nach einem der Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung eine Zerkleinerungseinheit (40) zum Zerkleinern der in der Beschickungseinheit (4) präparierten Feststoffe beim Überführen in die Aufnahmeeinheit (1) aufweist. 50

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen



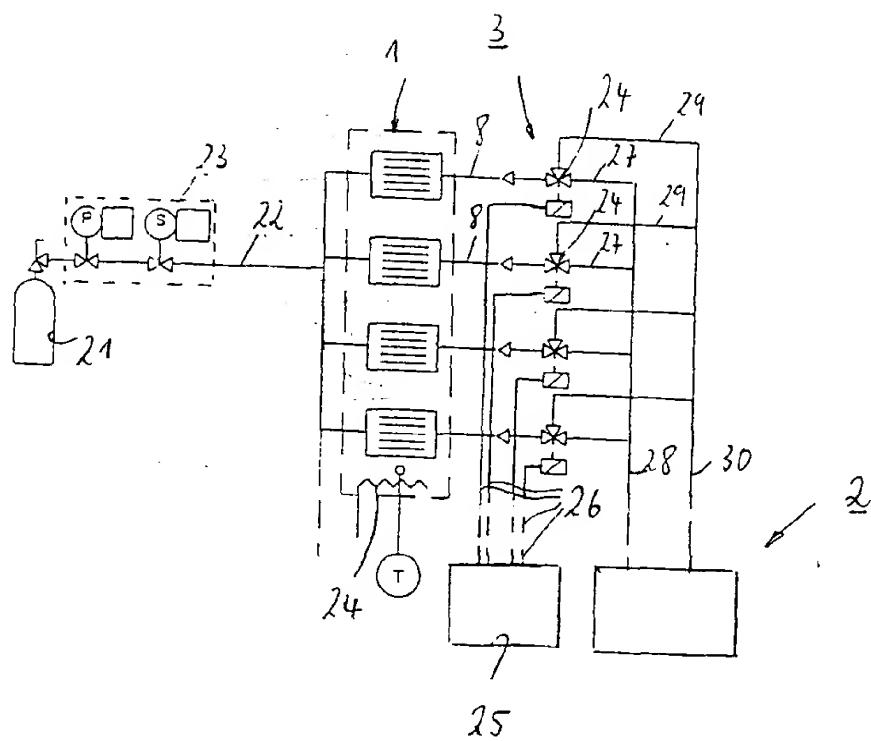
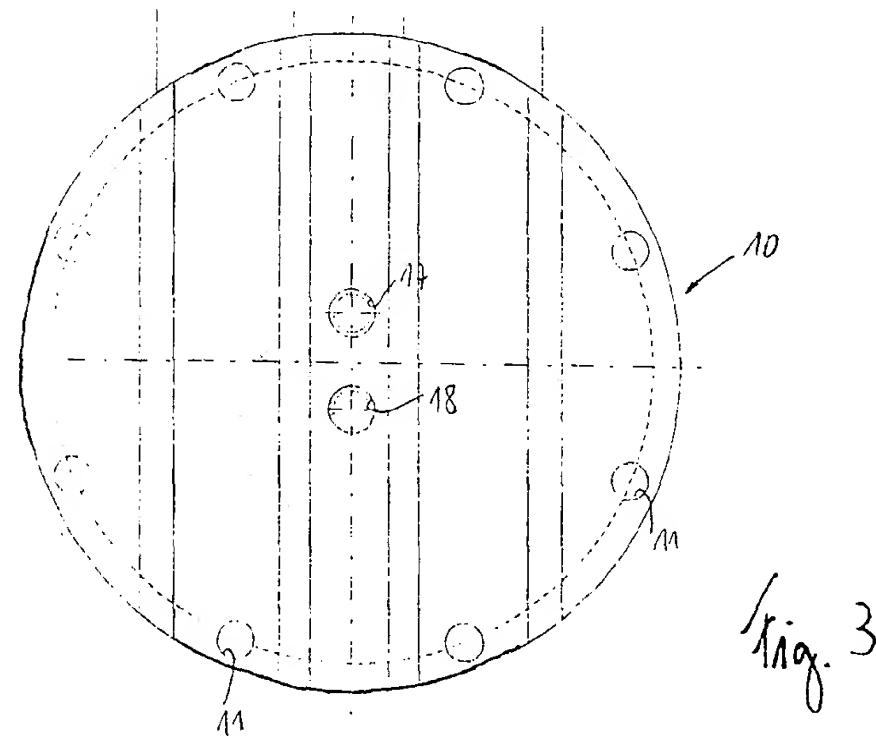


Fig. 4

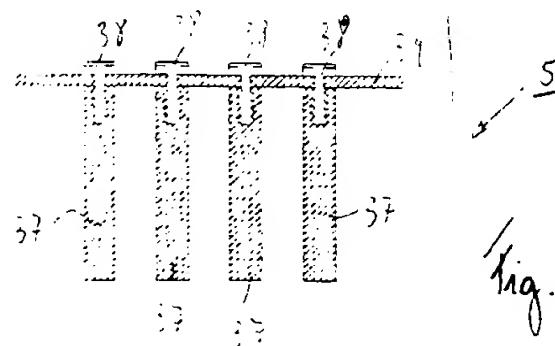


Fig. 8

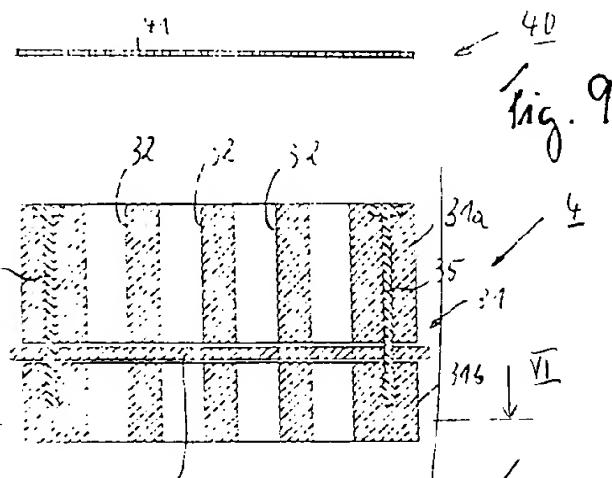


Fig. 9

Fig. 5

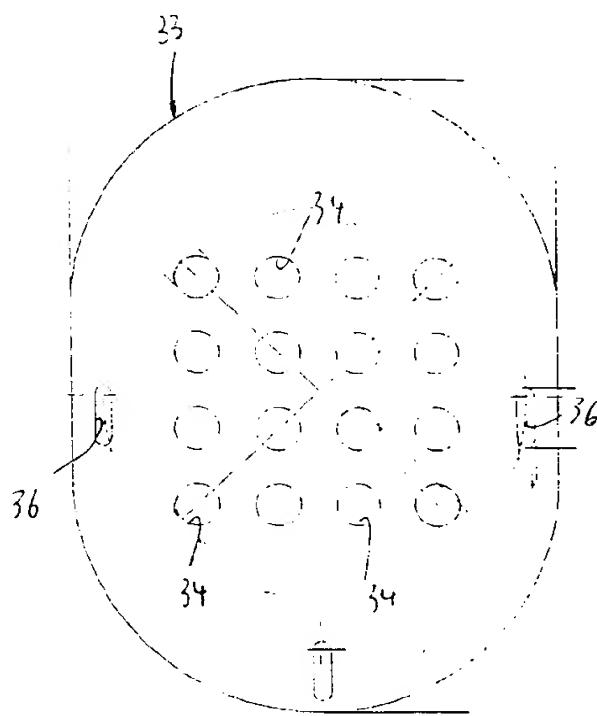


Fig. 7

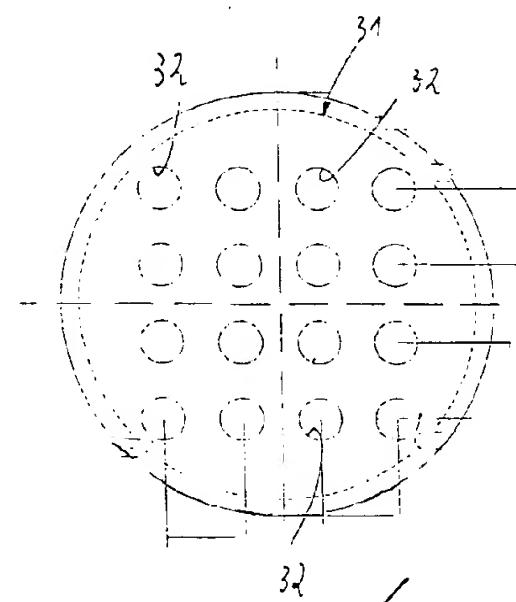


Fig. 6



RWS GROUP, LLC
translate.com

340 Brannan St., 5th Floor
San Francisco, CA 94107
Tel: (415) 512-8800
Fax: (415) 512-8982

TRANSLATION FROM GERMAN

(19) FEDERAL
REPUBLIC
OF GERMANY [Illegible]
 (10) DE 198 09 477 A1

GERMAN PATENT
AND TRADEMARK
OFFICE

(51) Int. Cl.:
G 01 N 31/10
G 01 N 1/128
//G01N 21/17,
30/02,
B01J 29/12, 23/63

(21) Application number: 198 09 477.9
(22) Application date: 3.6.98
(43) Disclosure Date: 9.16.99

(71) Applicant:
Prof. Dr. Ferdi Schüth, 61440 Oberursel,
GERMANY

(74) Agents:
Luderschmidt, Schüler & Partners, 65189
Wiesbaden

(72) Inventor:
The inventor will be designated subsequently
(56) Prior art references:

DE 27 14 939 B2
WO 97 32 208 A1

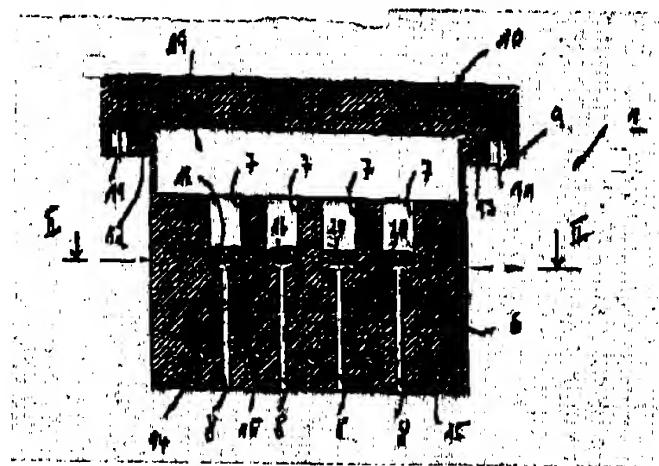
The following data has been taken from the documents that were submitted by the applicant

A request for an examination [of the patent application] has been submitted in accordance with § 44 of the Law on Patents

(54) Arrangement for testing the catalytic activity of solids that are exposed to a reaction gas

(57) An arrangement for testing the catalytic activity of solids, which are exposed to a reaction gas, comprises an accommodation unit (1), which has several recesses (7) for accommodating a solid in each case, and a communal supply of gas, and channels (8) that are allotted to the individual recesses so that the solids are all simultaneously exposed to the reaction

gas, and the products, which are formed during the reaction, can be run off separately via the channels and then they can be supplied to an analysis unit. The recesses for accommodating the solids are arranged in the form of a matrix. The test arrangement additionally comprises a dispensing unit with which the catalysts, which are prepared in a spatially separated manner using combinatorial methods, can be transferred in a simple manner to the recesses of the accommodation unit.



Specification

The invention pertains to an arrangement for testing the catalytic activity of solids, which are exposed to a reaction gas, with a unit for accommodating the solids, and a unit for analyzing the products that are formed during the reaction.

In order to prepare and characterize catalysts, the potentially active carrier components and catalyst components are combined in a supposedly suitable manner, and the multi-component mixtures, which are created in this way, are tested via a suitable test reaction under defined conditions that are usually fixed as a result of technical limitations. Whereas the synthesis of such materials can often be handled with manageable expense, trial runs with the catalysts, by contrast, represent a very time consuming and labor-intensive step. In general, the material that is to be tested is introduced into a laboratory reactor, which has been designed specifically for this purpose, and then, using prescribed parameters, it is tested in terms of its suitability for the reaction of the educt gas mixture in question.

EP 0 423 294 B1 describes a device, which has one single tubular reactor, for investigating and evaluating fluid bed catalysts for cracking purposes. This known device serves for carrying out a series of on-going cyclic experiments while varying the experimental conditions.

The simultaneous testing of catalysts in several separate reactors is also known, whereby these reactors are supplied from a communal gas preparation unit. Supplying the catalysts with the materials, which are to be tested, is also a time consuming and labor intensive procedure when testing catalysts in parallel reactors. The fact that there is a limit, in practice, to the number of reactors that are available for operation in parallel is also a disadvantage.

A decisive innovation in bio-organic syntheses over the last few years has been the development of combinatorial synthetic procedures (Furka, A., Sebastián, E., Asgedom, M., Dibó, G., Abstr. 14th Int. Congr. Biochem., Prague 1988, Vol. 5, 47). In the case of such

syntheses, one usually works with only very small quantities of substances, and use is often made of polymeric carriers for fixing one of the reactants and the products that are formed. Thus, today, combinatorial synthesis represents one of the standard tools in bio-organic chemistry. The efficient testing of a library of substances that has been prepared by such synthetic processes has currently been speeded up most of all in so-called "high throughput screening" for testing potential pharmaceutical agents. Current test methods are based on the addition, from the data bank of substances, of the substance in question to an enzyme or cell cultures that indicate, via luminescence, the presence of an interaction between the substance and a defined active site in the enzyme or in the metabolism of the cell. The substances from the libraries are brought into contact with the test system in question in the form of so-called "arrays", with plates with depressions, which are to be understood to serve as reaction vessels, under the arrays; after this, suitable additional treatment of the sample often takes place as well (irradiation, incubation, etc.), and the concluding evaluation test then follows on from here.

The first attempts to transfer combinatorial synthesis procedures and test procedures to inorganic solids were published by Schultz et al. in 1995 (Xiang, X.-D., Sun, X., Briceno, G., Lou, Y., Wang, K.-A., Chang, H., Wallace-Freedman, W.-G., Chen, S.-W., Schultz, P.G., Science 268, 1995, 1738; and Briceno, G., Chang, H., Sun, X., Schultz, P.G., Xiang, X.-D., Science 270, 1995, 273 as well as Sun, X.-D., Wang, K.-A., Yoo, Y., Wallace-Freedman, W.G., Gao, C., Xiang, X.-D., Schultz, P.G., Adv. Mater. 9, No. 13, 1997, 1046, and Wei, T., Wallace-Freedman, W.G., Schultz, R.G., Xiang, X.-D., Appl. Phys. Lett. 68, 1996, 3506). In this case, use is also made of a coating procedure for the preparation of the compound, whereby this procedure permits various combinations to be prepared on one substrate by means of masking techniques.

The decisive disadvantage of the method that was described by Schultz et al. resides, first of all, in the feature that, as a result of the coating procedure, only a very small proportion of the chemically possible combination[s] is prepared that can be obtained with the wet chemical procedures that are conventional for catalyst preparation. Thus the library of possible catalytically active candidates is considerably reduced in size. A procedure for testing the

catalytic activity of the materials was not described.

A study by Luss et al. has been published in the field pertaining to the simultaneous testing of catalysts (Moates, F.C., Somani, M., Annamalai, J., Richardson, I.T., Luss, D., Willson, R.C., Ind. Eng. Chem. Res., 35, 1996, 4801) in the case of which catalyst pellets were tested by means of infrared thermography. However, this method is limited to reactions with a large evolution of heat. Selectivity differences were not determined.

The problem that forms the basis of the invention is to create an arrangement with which the catalytic activity of solids, which are exposed to a reaction gas, can be tested effectively without high costs in terms of time and labor.

In accordance with the invention, the solution to this problem takes place via the characterizing features of Patent Claim 1.

The arrangement in accordance with the invention permits the simultaneous testing, and also the sequential testing, of a large number of solid catalysts that are exposed to a reaction gas, whereby the conditions such as pressure, temperature, etc. can be varied freely.

The arrangement comprises an accommodation unit that has several recesses for accommodating a solid in each case whose catalytic activity is to be tested. The solids in the accommodation unit are all exposed simultaneously to the reaction gas via a communal gas supply. The stream of gas is run off into the channels that are allotted to the individual recesses so that the products, which are formed via each catalyst, can be analyzed separately for each solid using the analysis unit. This analysis can take place, for example, by means of known spectroscopic, spectrometric or chromatographic procedures. Only one of the channels can, in each case, be freely connected to the analysis unit during the test phase, whereas the gas that is run off via the other channels is not analyzed. However, the accommodation unit also permits the analysis of a gas stream that is run off via several channels. As many channels as is desired can also be closed so that the reaction gas does not flow through them.

In a preferred form of embodiment of the accommodation unit, the recesses are arranged in the form of a matrix. This arrangement in the form of a matrix permits not only the testing of a large number of catalysts in a confined space but, rather, it also facilitates the introduction of the solids, which are to be tested, into the recesses by means of a dispensing unit, in which the catalysts are synthesized, and then they are transferred to the recesses of the accommodation unit. However, it is also possible to synthesize the catalysts directly in the accommodation unit.

The channels for running off the stream of gas are preferably located on the bottom of the recesses so that the reaction gas flows through the catalysts.

The dispensing unit for simultaneously introducing the substances into the accommodation unit has channels that are allotted to the individual recesses, whereby the catalysts can be prepared in a spatially separated manner in these channels by means of combinatorial methods. A sliding valve is advantageously provided in order to be able to close off the channels of the dispensing unit for synthesizing the solids, whereby this sliding valve closes off or, alternately, opens up all the channels.

The channels of the dispensing unit are arranged in a corresponding manner to the recesses of the accommodation unit. The dispensing unit is attached to the accommodation unit in order to transfer the solids, whereby the channels of the dispensing unit are then aligned with the recesses of the accommodation unit.

In order to press the solids out of the recesses, the arrangement in accordance with the invention advantageously comprises a pressing tool that has pressure rams that are allotted to the channels of the dispensing unit.

For adjustment purposes, the accommodation unit has a rotating attachment into which the dispensing unit can be inserted in a well fitting manner. When the dispensing unit has been taken off, a lid is placed on the rotating attachment of the accommodation unit so that a

communal gas supply chamber is created for the recesses in the accommodation unit. The reaction gas can then be supplied to the communal gas supply chamber through a bored out hole in the lid.

In a further preferred form of embodiment, the accommodation unit has a heating device in order to permit adjustment to the desired reaction temperature.

The solid catalysts that are to be tested are preferably positioned on small plates that comprise a porous material, whereby these small plates are arranged in the recesses of the accommodation unit and transversely to the flow direction of the reaction gas.

An example of an embodiment of the arrangement in accordance with the invention for testing the catalytic activity of solids, which are exposed to a reaction gas, will be elucidated in more detail in the following section with reference being made to the drawings.

The following aspects are shown.

Fig. 1 shows, in the form of a sectional illustration, the accommodation unit of the arrangement for testing the catalytic activity of solids that are exposed to a reaction gas.

Fig. 2 shows a section through the accommodation unit along the line II-II of Fig. 1;

Fig. 3 shows the accommodation unit of Fig. 1 in the form of a plan view;

Fig. 4 shows the gas flow diagram for the test arrangement;

Fig. 5 shows the dispensing unit for the test arrangement in the form of a sectional illustration;

Fig. 6 shows a section through the dispensing unit along the line VI-VI of Fig. 5;

Fig. 7 shows the sliding valve of the dispensing unit of Fig. 5 in the form of a plan view;

Fig. 8 shows the pressing tool of the test arrangement in the form of a sectional illustration; and

Fig. 9 shows the size reduction unit of the test arrangement in the form of a sectional illustration.

The arrangement for testing the catalytic activity of solids comprises an accommodation unit 1 (Figs. 1 through 3) in which the solid catalysts are exposed to a reaction gas, an analysis unit 2 together with a valve arrangement 3 (Fig. 4) with which the products, which are formed during the reaction, are analyzed, and a dispensing unit 4 with a pressing tool 5, whereby the catalysts are prepared in a spatially separated manner in the dispensing unit using combinatorial methods (Figs. 5 through 8).

Fig. 1 shows a section through the accommodation unit 1 of the test arrangement. The accommodation unit 1 has a cylindrical element 6 comprising a thermally conductive material, preferably brass, that is provided at its top with cylindrical bored holes 7 that are arranged in the form of a $n \times m$ matrix with four rows and four columns (Fig. 2). A 4×4 matrix is indicated merely by way of example; arrangements with a significantly larger number of recesses are also possible.

A channel 8 is connected to the bottom of each recess 7, whereby this channel leads out of the accommodation unit 1 at the bottom of the brass element 6. The channels 8 run parallel to one another in the vertical direction. They have a smaller diameter than the recesses. This ensures similar flow rates through all the recesses since the channels represent the main resistances to flow in each case. The individual channels can also be narrowed in a controlled manner in order to permit adjustment to exactly the same flow rates in all the recesses. In order to do this, appropriate throttling devices or similar arrangements can be provided in the accommodation unit.

A flange 9 for securing a lid 10 that comprises a thermally conductive material, preferably brass, is attached to the top of the brass element 6. The flange 9 and the lid 10 have several bored out holes 11, which are arranged in a peripherally distributed manner, so that the lid can be screwed firmly to the brass element (Fig. 3). An annular seal 12 is provided in order to seal off the lid 10 relative to the flange 9, whereby this annular seal is positioned in an annular groove of the flange 9.

The brass element 6 and the lid 10 have bored out holes for accommodating the heating cartridges 15 of a heating device in order to be able to heat the accommodation unit 1 to the reaction temperature.

The catalysts that are to be investigated are each positioned on a small plate 16 comprising a porous inert composition (frit) that is arranged at the bottom of each recess and transversely to its longitudinal axis.

In order to test the catalysts simultaneously, the lid 10 is screwed onto the flange 9 of the brass element 6, and the reaction gas is admitted to the gas supply chamber 19, which is located above the recesses 7, via bored out holes 17, 18 that are provided in the lid. The reaction gas flows through the catalysts 20, which are positioned on the frits 16, and then it is run off via the channels 8.

Fig. 4 shows the gas flow diagram for the test arrangement. The reaction gas flows out of a gas container 21 via a gas supply line 22 (in which a metering device 23 is serially arranged), and into the recesses 7 of the accommodation unit 1 that is heated to the reaction temperature by the thermostatic unit 24 so that the reaction gas flows through the catalysts.

In order to be able lead the exiting gas flow selectively to the analysis unit 2, the products that are formed during the reaction are run off separately from each catalyst via the separate channels 8.

The inlet of a multi-port valve 24 is connected to the outlet of each channel 8. The multi-port valves are capable of being actuated electromagnetically, and are triggered by a control unit 25 via control lines 26. The first outlet of each multi-port valve 24 is connected to a first communal gas run-off line 28 via a gas line 27, whereby this gas run-off line leads to the analysis unit 2, whereas the second outlet of each multi-port valve 24 is connected to a second communal gas run-off line 30 via a second gas line 29, whereby this communal gas run-off line also leads to the analysis unit 2, e.g. a mass spectrometer.

Depending on the position to which the multi-port valves are switched, the products that are formed by each catalyst during the reaction can be supplied separately and sequentially to the analysis unit 2, or the exiting flow of gas from any two desired catalysts can be analyzed. The valve arrangement, which comprises the multi-port valves, can be expanded at will depending on the number of catalysts that are to be tested.

Instead of a valve arrangement for clearing the individual channels, a manipulator with an inlet capillary, which is capable of being driven in the xyz direction, can also be arranged below the accommodation unit 1, whereby the analysis unit is connected to this inlet capillary. The inlet capillary can then be driven sequentially into the channels by means of the manipulator, so that the exiting gas flow from each catalyst can be analyzed separately. In principle, however, a separate analysis apparatus can also be allotted to each channel, so that analysis with greater parallelism becomes possible.

Fig. 5 shows a section through the dispensing unit 4 of the test arrangement. The dispensing unit 4 has a two-part cylindrical metal element 31 whose diameter corresponds to the internal diameter of the flange 9 of the accommodation unit 1 so that the dispensing unit 4 can be inserted, in a well fitting manner, into the accommodation unit 1. The cylindrical metal element 31 has channels 32 that are arranged in the form of a 4 x 4 matrix. The arrangement and the diameter of the channels 32 correspond to the recesses 7 of the accommodation unit 1, so that these are aligned when the dispensing unit is inserted into the accommodation unit.

A sliding valve 33 is led - in a manner that permits its displacement - between the upper and lower parts 31a, 31b of the cylindrical metal element, and transversely to the longitudinal axis of the channels 32. The sliding valve 33 is a sheet metal plate with bored out holes 34 that are also arranged in the form of a 4 x 4 matrix. These bored out holes 34 are aligned with the channels 32 of the cylindrical metal element 31. The two securing elements 35, which hold the upper and lower parts together, extend through lateral slots 36 in the sliding valve 33, and restrict its sliding path. The sliding valve 33 can be displaced between two positions in which the channels 32 of the dispensing unit are either sealed off or they are opened up.

The sliding valve 33 preferably consists of metal. However, it is also possible for the sliding valve to be a perforated plate comprising a porous material (frit) that serves for filtration when the sliding valve is located in a position in which the bored out holes of the perforated plate are not aligned with the channels of the dispensing unit.

Fig. 6 shows a section through the pressing tool 5 of the test arrangement. The test tool has pressure rams 37 that are arranged in the form of a 4 x 4 matrix, whereby these pressure rams are attached via the screws 38 to a round plate 39. The pressure rams 37 are arranged and designed to have dimensions such that they can be inserted, in a well fitting manner, into the channels 32 of the dispensing unit 4 when the sliding valve 33 is in the open position.

Fig. 7 shows a section through a size reduction unit 40 in the form of a grid that consists of cutting edges 41 that are arranged at right angles at a separation of approximately 2 mm. Prior to inserting the dispensing unit 4 into the accommodation unit, the size reduction unit 40 can be placed in the gas supply chamber 19 of the accommodation unit 1 in order to reduce the size of the solids, which are prepared in the dispensing unit, in order to permit their transfer to the accommodation unit. However, the size reduction unit can also be manufactured in the form of a single integral component along with the dispensing unit.

A description is given in the following section of the oxidation of carbon monoxide on

combinatorially prepared catalysts with use being made of the above test arrangement.

Combinatorially prepared catalysts on the carriers zeolite Y, aluminum oxide, titanium dioxide and zirconium oxide in combination with the potentially catalytically active metals platinum and palladium and the promotor cerium were examined for this test reaction that involves the catalytic oxidation of carbon monoxide to carbon dioxide. In this case, the catalysts were exposed to a reaction gas mixture comprising synthetic air and 80% carbon monoxide. The temperature of the reaction gas atmosphere was increased in steps, and the product gas stream in the individual channels was spectroscopically analyzed for the reaction gas temperature in question.

The catalysts are synthesized in the upper part of the cylindrical element of the dispensing unit in the situation in which the sliding valve is closed. In this case, a different carrier material is deposited in each of the four columns, e.g. a silicate carrier in column 1; aluminum oxide in column 2; titanium dioxide in column 3; and zirconium oxide in column 4. The catalytically active substance is then applied by means of e.g. a fluid impregnation process, e.g. a defined volume of a platinum salt solution in row 1; a defined volume of a palladium salt solution in row 2; a defined volume of a platinum salt solution and a palladium salt solution in row 3; and a defined volume of a platinum salt solution and a palladium salt solution and a cerium salt solution in row 4. The solvent is removed by means of a suitable high temperature treatment. An after-treatment, e.g. with hydrogen, then takes place. In order to be able to transfer the sample array to the accommodation unit, the size reduction unit is placed in the gas supply chamber of the dispensing unit, and the dispensing unit is inserted into the accommodation unit. With the sliding valve in the open position, the solid catalysts are then pressed out of the channels of the dispensing unit by means of the pressing tool, and hence through the grid-like plate and then into the recesses of the accommodation unit. When size reduction of the solids, which have been prepared in the dispensing unit, is not required, placing the size reduction unit in the accommodation unit can also be omitted. The size reduction unit and the dispensing unit are then taken out of the accommodation unit. The accommodation unit is then tightly sealed with the lid, and the reaction gas is supplied. The product gas stream, which is run off from the

catalysts via the individual channels of the accommodation unit, is now analyzed spectroscopically in the analysis unit while the temperature of the reaction gas atmosphere is increased step-wise.

Patent claims

1. Arrangement for testing the catalytic activity of solids, which are exposed to a reaction gas, with a unit for accommodating the solids and a unit for analyzing the products that are formed during the reaction, characterized by the feature that the accommodation unit (1) has several recesses (7) for accommodating a solid in each case, and a communal supply of gas, and channels (8) that are allotted to the individual recesses so that the solids are all simultaneously exposed to the reaction gas, and the products, which are formed during the reaction, can be run off separately via the channels and then they can be supplied to the analysis unit (2).
2. Arrangement in accordance with Claim 1, characterized by the feature that the recesses (7) for accommodating the solids are arranged in the form of a matrix, whereby the channels (8) are connected to the bottom of the recesses (7) so that the reaction gas can flow through the solids that have been introduced into the recesses.
3. Arrangement in accordance with Claim 1 or 2, characterized by the feature that the recesses (7) are cylindrical bored out holes.
4. Arrangement in accordance with one of the Claims 1 through 3, characterized by the feature that the arrangement comprises a dispensing unit (4) that is capable of being attached to the accommodation unit (1) for simultaneously introducing the solids into the accommodation unit.
5. Arrangement in accordance with Claim 4, characterized by the feature that the dispensing unit (4) has channels (32) that are allotted to the recesses (7) of the accommodation unit (1), whereby these solids are synthesized in these channels, and whereby the solids can be transferred

to the recesses of the accommodation unit when the dispensing unit is attached to the accommodation unit.

6. Arrangement in accordance with Claim 5, characterized by the feature that the dispensing unit (4) has a sliding valve (33) that is capable of being displaced between a position for synthesizing the solids, and a position that opens up the channels in order to transfer the solids to the recesses (7) of the accommodation unit (1).

7. Arrangement in accordance with Claim 6, characterized by the feature that the sliding valve (33) is a perforated plate comprising metal or a porous material.

8. Arrangement in accordance with one of the Claims 1 through 7, characterized by the feature that the accommodation unit (1) has a rotating attachment (9) into which the dispensing unit (4) is capable of being inserted, and a lid (10), which is capable of being positioned on the rotating attachment (9) to form a communal gas supply chamber when the dispensing unit has been taken off, whereby the lid is provided with at least one bored out hole (17) for supplying the reaction gas.

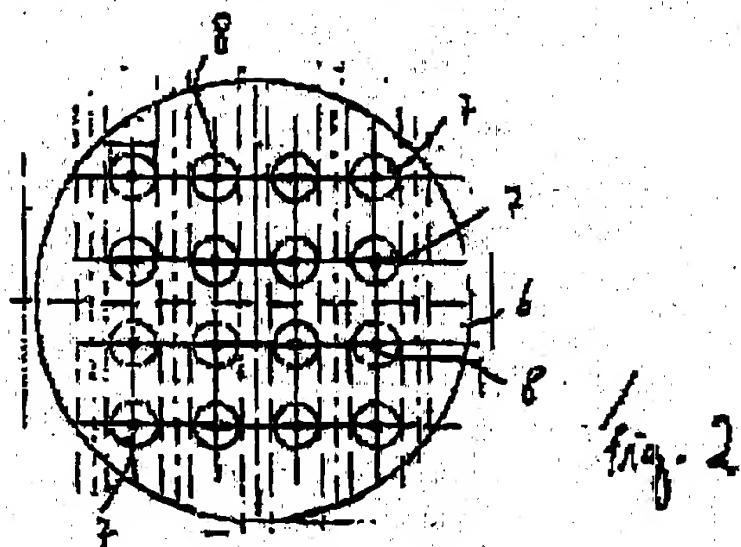
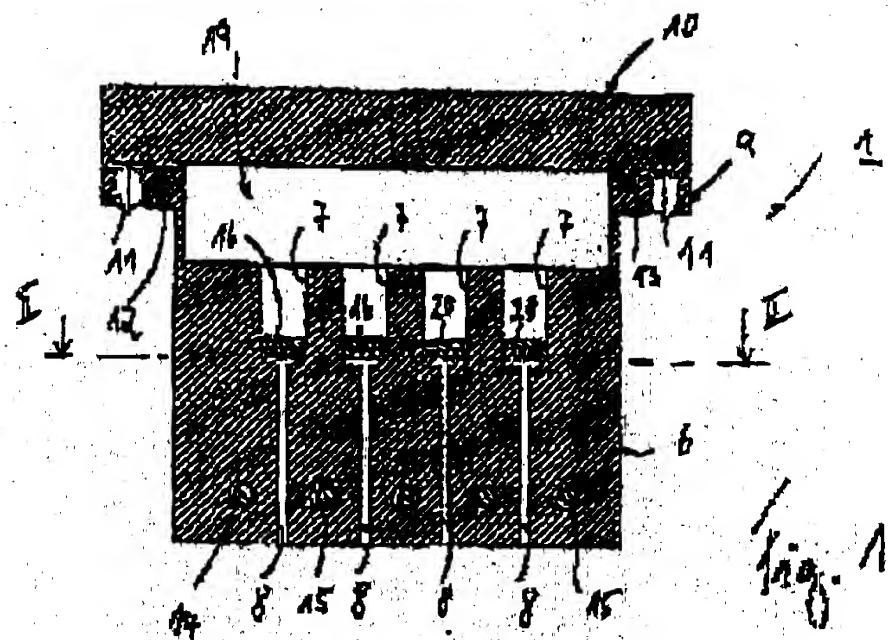
9. Arrangement in accordance with one of the Claims 4 through 8, characterized by the feature that the arrangement comprises a pressing tool (5) with pressure rams (37) that are allotted to the channels (32) of the dispensing unit (4), whereby these pressure rams can be introduced into the channels (32) of the dispensing unit in order to press out the solids.

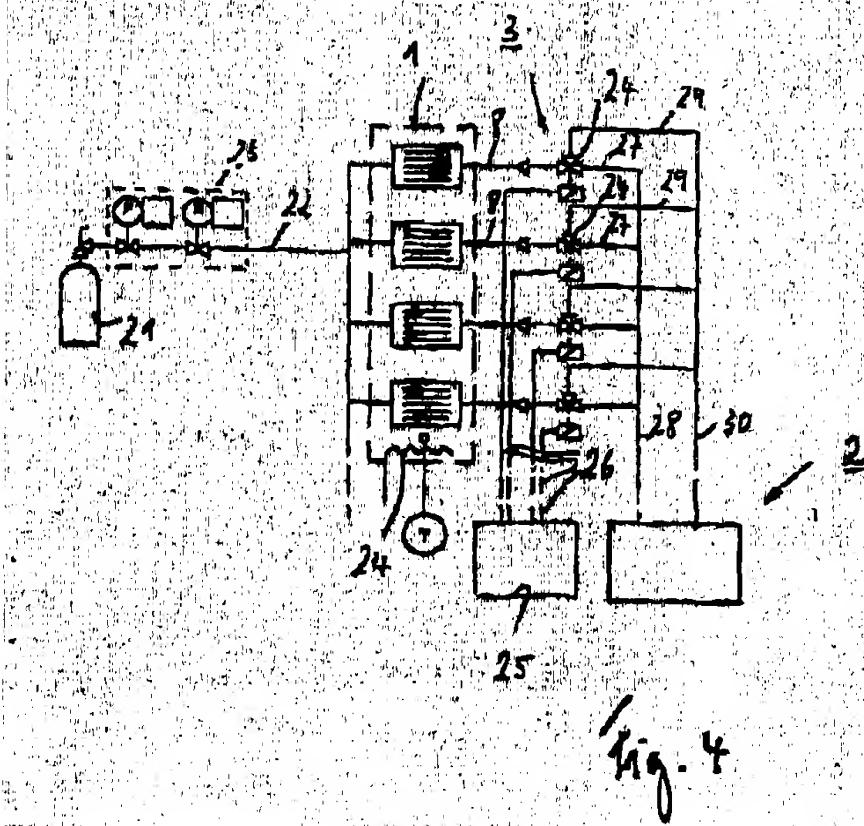
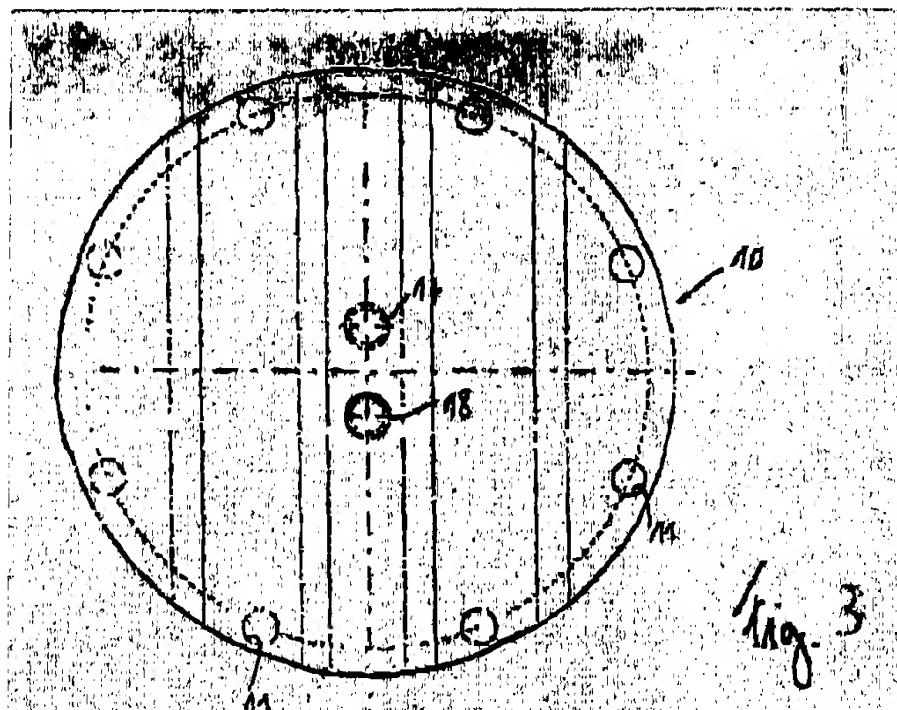
10. Arrangement in accordance with one of the Claims 1 through 9, characterized by the feature that the accommodation unit has a heating device (24).

11. Arrangement in accordance with one of the Claims 1 through 10, characterized by the feature that small plates (20), which are made from a porous material, are provided in the recesses (7) of the accommodation unit (1), whereby these small plates are provided for the accommodation of the solids that are to be introduced into the recesses.

12. Arrangement in accordance with one of the Claims 4 through 11, characterized by the feature that the arrangement has a size reduction unit (40) for reducing the particle size of the solids that are prepared in the dispensing unit (4) in order to permit their transfer to the accommodation unit (1).

3 page(s) of drawings attached hereto





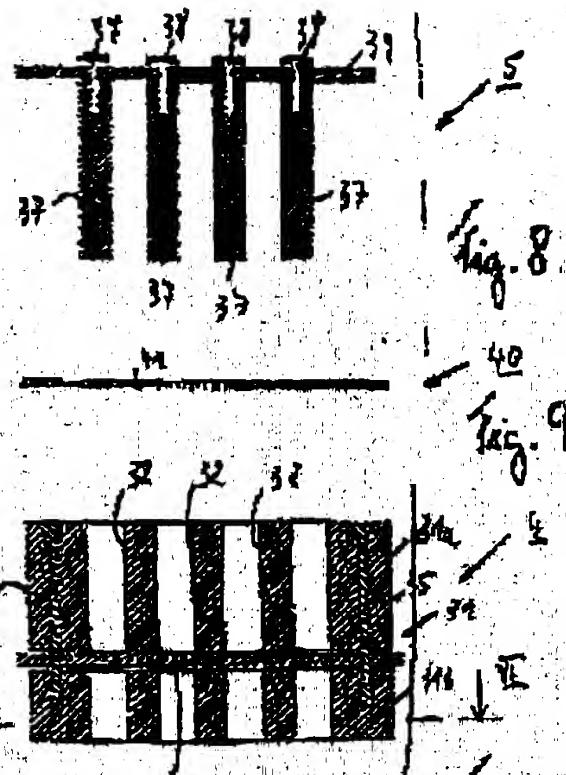


Fig. 8

40

Fig. 9

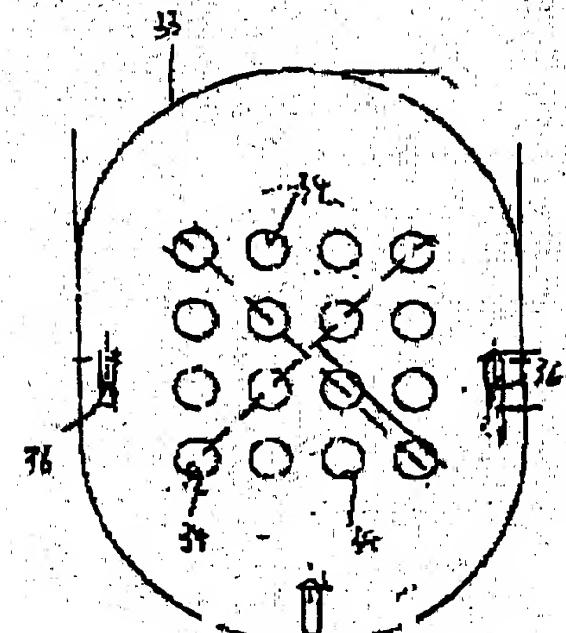


Fig. 5

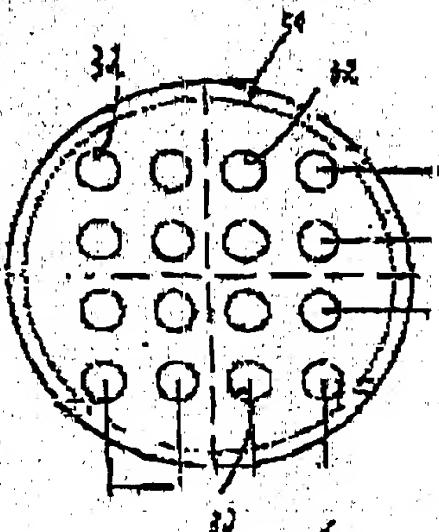


Fig. 6